JP02117605

Publication Title:
No title available
Abstract:
Abstract not available for JP02117605 Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide
Courtesy of http://v3.espacenet.com

19 日本国特許庁(JP)

① 特許出願公開

@ 公 開 特 許 公 報 (A) 平2-117605

®Int. Cl. ⁵

識別記号

庁内整理番号

❸公開 平成2年(1990)5月2日

A 01 N 43/56

D 8930-4H

審査請求 未請求 請求項の数 6 (全8頁)

9発明の名称 白蟻防除剤及びその使用方法

②特 願 昭63-270224

20出 願 昭63(1988)10月26日

⑩発明者 菅 満 埼玉県大宮市三橋 4 丁目225

⑫発 明 者 髙 木 和 裕 兵庫県西宮市岡田山3-8

⑩発明者 和田 恭弘 大阪府大阪狭山市東池民3丁目952-7

⑫発 明 者 浜 口 洋 京都府京都市伏見区深草堀田町10-1

⑪出 願 人 日本農薬株式会社 東京都中央区日本橋1丁目2番5号

⑫代 理 人 弁理士 萼 優美 外2名

明細曹

1. 発明の名称

白蟻防除剤及びその使用方法

2.特許請求の範囲

(1) 一般式(I)

(式中、R.は水素原子、低級アルキル基又は低級アルキニル基を示し、X は水素原子又はハログン原子を示し、Y は水素原子、ハログン原子、シアノ基、低級ハロアルコキシ基、低級アルキルチオ基、アルキルスルフィニル基又は低級アルキルスルホニル基を示し、n は 1 乃至 2 の整数を示し、 2 はハロゲン原

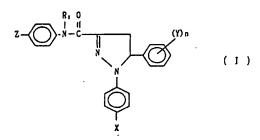
子、低級ハロアルキル基、低級アルコキシ基 又は低級ハロアルコキシ基を示す。)

で表されるピラゾリン誘導体を有効成分として含有することを特徴とする白蜡防除剤。

- (2) 一般式(I)において、R1が水素原子を示し、Xが水素原子、ロゲン原子、シアノが水素原子、ハロゲン原子、シアノは低級アルキルスルホニケン原子、低級アルキル基、低級アルコキシ基を表すピラソリン誘導体を引取の白蟻防除剤。
- (3) 一般式(I)において、R1が低級アルキル 基を示し、Xが水素原子、ハロゲン原子、シアノ ぶし、Yが水素原子、ハロゲン原子、シアノ 基、低級ハロアルコキシ基又は低級アルキル スルホニル基を示し、nが1の整数を示し、 Zが低級ハロアルキル基又は低級ハロアル キシ基を表すビラゾリン誘導体を有効成分と

して含有することを特徴とする請求項第 1 項記載の白蟻防除剤。

(4) 一般式(I)



(式中、Riは水素原子、低級アルキル基又は低級アルキニル基を示し、Xは水素原子、口はハロゲン原子を示し、Yは水素原子、ハロゲン原子を示し、Yは水素原子、ハガニン原子、シアノ基、低級ハロアルコキルスルフィニル基又は低級アルキル基、低級アルコキシ基を示す。)

で表されるビラゾリン誘導体を有効成分とする薬剤を土壌又は木部に処理する場合、土壌

乙が低級ハロアルキル基又は低級ハロアルコキシ基を表すピラゾリン誘導体を有効成分とする薬剤を土壌又は木部に処理することを特徴とする請求項第 4 項記載の白蟻の防除方法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は、一般式(I)

(式中、Riは水素原子、低級アルキル基又は低級アルキニル基を示し、Xは水素原子、ハロゲン原子を示し、Yは水素原子、ハロゲン原子、シアノ基、低級ハロアルコキシ基、低級アルキルチオ基、アルキルスルフィニル基又は低級アルキルスルホニル基を示し、IIの至2の整数を示し、Zはハロゲン原

に処理する場合有効成分量として1㎡当たり2g乃至50gの範囲で、木部に処理する場合有効成分量として1㎡当たり0.1g乃至2gの範囲で処理することを特徴とする白蟻の防除方法。

- (5) 一般式(I)において、R1が水素原子を示し、Xが水素原子又はハロゲン原子を示し、Yが水素原子、ハロゲン原子、シアノ基のサン原子、シスルホニル基を示し、Zがハロゲン原子、低級アルキルスルコキシ基を表すピラゾリン誘導体を有の成分とする薬剤を土壌又は木部に処理するの防染を特徴とする請求項第4項記載の白鑞の防冷方法。
- (6) 一般式 (I) において、R.が低級アルキル基を示し、X が水素原子又はハロゲン原子を示し、Y が水素原子、ハロゲン原子、シアノ基、低級ハロアルコキシ基又は低級アルキルスルホニル基を示し、n が 1 の整数を示し、

子、低級ハロアルキル基、低級アルコキシ基 又は、低級ハロアルコキシ基を示す。) で表されるピラゾリン誘導体を有効成分として 含有することを特徴とする白蠟防除剤及び該防 除剤を使用して白蠟を防除する方法に関するも のである。

白蜡は建築物、樹木等を直接に食客し、木材の他にもコンクリート、ビニール製品等をも加書するために防除、駆除を必要とされ、例えば家屋の土台、床、梁、野外の木杭、土中のビニール被覆線等に多大な被害が見られるので薬剤による駆除、防除が必要とされている。

従来、白蟻の防除は有機塩素系の薬剤(例えば、一般名クロルデン)が多用されてきたが、 人畜に対する安全性が問題となる薬剤であるために使用禁止となった。このクロルデンの代替薬剤として、現在有機リン系薬剤(例えば、一般名クロルピリホス、ピリダフェンチオン、ホキシム等)が使用されるようになった。しかし、これらの有機リン系薬剤は、薬剤を処理す

本発明者らは前記課題を解決すべく鋭意研究を重ねた結果、前記一般式(I)で表されるピラゾリン誘導体が人畜に対して低毒性であり、白蟻に対しては強い防除効果を示し、土壌する白蟻が生息する部位、例えば木部等に処理することにより長期間にわたって防除効果が持続し、且つ人畜に対して低毒性であることを見出して本発明を完成させたものである。

ルコキシ基又は低級アルキルスルホニル基を示し、nが1の整数を示し、Zが低級ハロアルキル基又は低級ハロアルコキシ基を表すピラゾリン誘導体を有効成分として含有する防除剤が挙げられるが、本発明はこれらに限定されるものではない。

本発明の白蟻の防除方法は、一般式(I)で表されるピラゾリン誘導体を有効成分とする薬剤を土壌又は木部に処理する場合、土壌に処理する場合有効成分量として1㎡当たり2g乃至50gの範囲で、木部に処理する場合有効成分量として1㎡当たり 0.1g乃至2gの範囲で処理することを特徴とする。

本発明の白蝎防除剤の有効成分である一般式(I)で表されるピラゾリン誘導体の代表的な化合物を第1表に例示するが、本発明はこれらの化合物に限定されるものではない。

又、一般式 (I) で表されるビラゾリン誘導体はW O 公開第88/05046号に開示の製造方法により製造することができる。

本発明の白蠟防除剤の有効成分である一般式(I)で表されるピラゾリン誘導体はWO公開第88/05046号に農業用の殺虫剤として開示されているが、白蟻に対し有効であるとの記載、且つ具体的にそれを示す試験例等は全く記載されておらず、該公報に具体的に記載の化合物に比して、白蟻に対して予測し得ない程の顕著な効果を奏するものである。

本発明の白蟻防除剤は、一般式(I)において、R1が水素原子を示し、Xが水素原子又はハロゲン原子を示し、Yが水素原子、ハロゲン原子、シアノ基又は低級アルキルスルホニル基を示し、nが1の整数を示し、Zがハロゲン原子、低級ハロアルキル基、低級アルコキシ基を表すピラゾリン誘導体を有効成分として含有するものが好ましい。

また更に好ましいものとしては、一般式 (I)において、Riが低級アルキル基を示し、 Xが水素原子又はハロゲン原子を示し、Yが水 素原子、ハロゲン原子、シアノ基、低級ハロア

一般式(1)

$$z \xrightarrow{R_1 \ 0}$$

$$N \xrightarrow{N} C \xrightarrow{N}$$

$$N \xrightarrow{N} (Y) n$$

$$(Y) n$$

第 1 男

化合物No.	R,	х	(Y) n	Z	物性
1	н	Н	4-C1	C1	m.p.170 ℃
2	н	н	4-C1	0C3H7-i	m.p.162 ℃
3	Н	Н	4-C1	OC4He-t	m.p.140 ℃
4	н	н	4-C1	OCF.	m.p.167 ℃
· 5	Н	Н	4-F	Cl	m.p.173 ℃
6	н	Н	4-F	CF,	m.p.181 ℃
7	н	H	4-F	OCF.	m.p.172 ℃
. 8	H	Н	4-CN	OCF.	m.p.158 ℃
9	H	Cl	н	CF.	m. p. 221 ℃
10	Н	Cl	4-Br	OCF.	m.p.172 ℃
11	н	C1	4-F	OC4He-t	m.p.155 ℃
12	Н	C1	4-F	OCF_CHF_	m.p.161 °C
13	н	Cl	3-CN	OCF.	m.p.134 ℃

14	H	C1	4-CN	OCF.	m.p.150 ℃
15	н	CI	4-SOCH:	OCF.	т.р.192 ℃
16	Н	CI	4-S0 ₂ CH ₃	OCF.	т.р.225 ℃
17	н	C1	3,4-Cl ₂	OCF.	т.р.182 ℃
18	н	F	4-CN	OCF.	ш.р.155 °С
19	CH.	C1	4-Br	OCF.	粘稠物
20	CH.	C1	4-F	CF ₃	m.p.164 °C
2 1	CH ₃	C1	4-F	OCF.	ш.р.118 ℃
22	CH.	C1	4-F	OCF CHF:	m.p.153 °C
23	CH.	C1	3-CN	OCF:	m.p. 94 ℃
2 4	CH.	C1	4-CN	OCF.	m.p.127 ℃
2 5	CH.	C1	4-OCHF2	OCF ₃	m.p.109 °C
26	СН.	C1	4-SOCH ₂	OCF.	m.p.164 °C
27	CH.	C1	4-S0 ₂ CH ₃	OCF ₃	m.p.179 ℃
28	CH.	F	4-CN	OCF.	m.p. 98 ℃
29	C.H.	Cl	4-F	CF ₃	m.p.139 ℃
30	C.H.	F	4-C1	OCF:	m.p.137 ℃
3 1	CH≡CCH ₂	F	4-C1	CF ₃	粘稠物
3 2	н	Cl	4-F	OCF ₃	т.р.193 ℃
33	н	Cl	4-F	CF.	m.p.207 °C
34	н	CI	4-0CHF2	CF:	m.p.120 °C
35	CH.	CI	4-C1	OCF.	m.p. 95 ℃
1					

第1表中、物性が粘稠物で表される化合物のNMRを 第2表に示す。

ルー1 Hービラゾールを 300m & のトルエン に懸濁させ、25.3g (0.213 モル)の塩化チオニル及び 0.1gのジメチルホルムアミドを加え、3時間加熱遠流して反応を行った。その後、球圧下にトルエンと過剰の塩化チンと過剰の塩にトルンと過剰のロフラムにアニリン及び21.5g (0.106 モル)の4ーのリエチルアミンを加えた後、エコした塩で21.5g (0.106 モル)の5 を行ったを液に、大力に変に、大力に変に、大力に変に、大力に変に、大力に変に、大力に変に、大力に変に、大力になるがある。 得られたは状物に少量のメタノールで洗浄し時物29.0gを得た。

物性 m.p.170 ℃ 収率 66%

本発明の一般式 (I) で表されるビラゾリン 誘導体を有効成分として含有する白蜡防除剤を 使用する場合、土壌又は木部等に処理するため に適宜都合の良い剤形に製剤して使用され、例 えば、乳剤、液剤、油剤、粒剤、水和剤、発泡

第 2 表

化合物No.	NMR値(TMS/CDCis. δ値,ppm)			
1 9	3.0 (dd, 1H) 3.4 (s, 3H) 3.7 (dd, 1H) 5.1 (dd, 1H)			
	6.2~7.8 (m, 12H)			
3 1	2.2(t,1H) 3.0(dd,1H) 3.6(dd,1H) 4.6(d,2H)			
	5. 0 (dd, 1H) 6. 0~7. 8 (m, 12H)			

製造例. 5, N - ビス(4 - クロロフェニル) - 4, 5 - ジヒドロ - 1 - フェニル - 1 H - ビラゾール - 3 - カルボキサミドの製造
(化合物 No. 1)

32.0g (0.106 モル) の5 - (4 - クロロフェニル) - 4,5 - ジヒドロ-1 - フェニ

施工に適した製剤、水懸濁剤、マイクロカブセル剤、 塗料等の剤形に調製して使用すれば良く、必要に応じて固体担体又は液体担体を使用して製剤し、 固体担体としては無機鉱物質担体、液体担体としては有機溶剤、例えば脂肪族系及び/又は芳香族系炭化水素類を使用するのも良く、 界面活性剤、 着色剤、 固着剤、 起泡剤、 浸透助剤等の補助剤も使用することができ

 理される態様も本発明に包含されるものである。

木部等に直接処理する場合、そのまま若しくは水等で希釈して散布、塗布、浸液等により、有効成分量として木部面積1㎡当たり 0.1g万至2gの割合で処理すれば良い。

ではない。 尚、 実施例中、 部とあるのは重量部 を示す。

実施例1.

化合物 No. 1
 5部
 8部
 シクロヘキサノン
 ボリオキシエチレンノニルフェニル
 エーテルとアルキルペンゼンスルホ

ン酸の混合物 3部

軽石粒 80部

以上を均一に混合溶解して、軽石粒に噴霧して粒剤とする。

実施例2.

化合物 No. 2 0. 5部

キシレン 0.8部

シクロヘキサノン 0.4部

ポリオキシエチレンノニルフェニル

エーテルとアルキルベンゼンスルホ

ン酸の混合物 0.3部

灯油 98 部

本発明の一般式(I)で表されるビラゾリン誘導体を有効成分として含有する白蟻防除剤を使用する場合、本有効成分の薬量の低減又は効果の拡大等を図る目的で他の白蟻防除剤又は木材防腐剤等と併用して使用することも可能で、例えば白蟻防除剤としては

0,0-ジェチル-0-3,5,6-トリクロル-2-ピリジルホスホロチオエート(一般名:クロルピリホス)

0、0-ジエチル-0-(3-オキソー2-フェニル-2H-ピリダジン-6-イル) ホスホロチオエート (一般名: ピリダフェンチオン)

0, 0-ジエチル-0-(α-シアノペンジリデンアミノ)チオホスフェート(一般名:ホキシム)

等の有機リン系化合物を例示することができ

以下に本発明の代表的な実施例及び試験例を 例示するが、本発明はこれらに限定されるもの

以上を均一に混合溶解して油剤とする。 実施例3.

化合物 No. 4 25部

キシレン 40部 1

シクロヘキサノン 20部

ポリオキシエチレンノニルフェニル

エーテルとアルキルペンゼンスルホ

ン酸の混合物 15部

以上を均一に混合溶解して乳剤とする。

実施例4.

化合物 No. 9 40部

ノニオン系界面活性剤とアニオン系

界面活性剤との混合物 5部

ナフタレンスルホン酸ソーダホルマ

リン縮合物 8部

含水珪酸と微粉末の炭酸カルシウム 47部

以上を均一に混合溶解して水和剤とする。

試験例1. 濾紙法による白蠟防除効果

直径9cmのシャーレ中に直径9cmの円形違紙(東洋違紙㈱製 No.2)を敷き、本発明の

一般式(I)で表されるピラソリン誘導体を有効成分とする薬剤の所定濃度の薬液 1.5me を逮紙に含浸させ、イエシロアリの職器10頭を放虫し、25℃の恒温室に保管した。効果の判定は放虫7日後に異常虫数及び死虫数を調査し、死虫率を算出した。尚、死虫率の算定は異常虫数も含めて算出した。1 区2 連制。

結果を第3表に示す。

第 3 表

化合物 No.	濃度 (ppm)	死虫率(%)
1	1 0	100
2	1 0	100
3	1 0	.100
4	1 0	100
5	1 0	100
6	1 0	100
7	1 0	100

2 8	10	100
2 9	1 0	100
3 0	1 0	100
3 1	1 0	100
3 2	1 0	100
3 3	1 0	100
3 4	10	100
3 5	1 0	1 0 0
対 照 A	1 0	0

尚、対照 A の化合物は W O 公開第 8 8 / 0 5 0 4 6 号に開示の下記の化合物を使用した。

(化合物 Na. 14)

8	1 0	100
9	1 0	100
1 0	1 0	100
1 1	1 0	100
1 2	1 0	1 0 0
1 3	1 0	100
1 4	1 0	100
15	1 0	100
1 6	1 0	100
1 7	1 0	100
18	1 0	100
1 9	1 0	100
2 0	1 0	100
2 1	1 0	100
2 2	1 0	100
2 3	1 0	100
2 4	1 0	100
2 5	1 0	1 0 0
2 6	1 0	1 0 0
2 7	1 0	100.

試験例2.土壌処理による白蟻防除効果

直径9cmのシャーレ中に風乾した山土10gを入れ、山土の乾土重量に対する濃度に希釈した本発明の一般式(I)で表されるピラゾーリン誘導体を有効成分とする薬剤の薬液2mのを混合し、イエシロアリの職蝿10頭を放虫し、25℃の恒温室に保管した。結果の判定は放虫7日後に異常虫数及び死虫数を調査し、試験例1と同様に死虫率を算出した。

結果を第4表に示す。

1 区 2 連制。

第 4 表

化合物 No.	渡度 (ppm)	死虫率(%)
1	1 0	100
2	1 0	100
3	1 0	100
4	1 0	100
5	10	100

6	1 0	100
7	1 0	100
8	10	100
9	10	100
1 0	10	100
1 1	10	100
1 2	1 0	100
1 3	10	100
1 4	1 0	100
1 5	1 0	100
16	10	100
1 7	1 0	100
18	1 0	1 0 0
19	1 0	1 0 0
2 0	1 0	1 0 0
2 1	1 0	1 0 0
2 2	1 0	100
2 3	1 0	1 0 0
2 4	10	1 0 0
2 5	1 0	1 0 0

2	6	1	0	1	0	0
2	7	1	0	1	0	0
2	8	1	0	1	0	0
2	9	1	0	1	0	0
3	0	1	0	1	0	0
3	1	1	0	1	0	0
3	2	1	0	1	0	0
3	3	1	0 .	1	0	0
3	4	1	0.	1	0	0
3	5	1	0	1	0	0
対	照A	1	0			0

試験例3. 土壌処理による白蟻防除効果の残効 性

直径9 cmのシャーレ中に風乾した山土10gを入れ、山土の乾土重量に対する濃度に希釈した本発明の一般式 (I)で表されるピラゾリン誘導体を有効成分とする薬剤の薬液2m ℓを混合し、該混合土を50m ℓの褐色瓶

に詰め、 藍をした後、 25℃の恒温室に 3 ケ月保管した。 その後、 該土壌を直径 9 cmのシャーレに入れ、イエシロアリの職婦 10頭を放虫し、 25℃の恒温室に保管した。 効果の判定は放虫 7 日後に異常虫数及び死虫率を調査し、試験例 1 と同様に死虫率を算出した。

1区2連制.

結果を第5表に示す。

第 5 表

化合物 No.	濃度 (ppm)	死虫率(%)
1	1 0	100
2	1 0	100
4	1 0	100
5	1 0	100
6	1 0	100
7	1 0	100
9	1 0	100
19	1 0	100

2 0	1 0	100
2 1	1 0	100
2 5	1 0	100
3 0	1 0	100
3 2	1 0	100
3 3	1 0	100
3 4	1 0	100
3 5	1 0	1 0 0
対 照 A	1 0	0

試験例4.木部処理による白蟻防除効果

日本白蟻対策協会の室内総合試験法(JTCAS第1号)に準じて、本発明の一般式(I)で表されるピラゾリン誘導体を有効成分とする薬剤の所定温度の油剤を 110±10 g/m²相当量を刷毛塗りした後、室内で21日間風乾した。処理木片を耐候操作を行うものと耐候操作を行なわないものとに分け、耐候操作は処理木片を静水30秒間浸液後、25℃の

湿室に4時間保管した後、40℃の恒温器中で 20時間乾燥する操作を10回反復して行った。 耐候操作を行なわない薬剤処理木片と耐候操 作を行った薬剤処理木片を日本白蟻対策協会 の規定とおり、それぞれを底部に石膏を張っ た直径7cm、高さ6cmの塩化ビニル製円筒に 入れ、イエシロアリの職蟻 150頭と兵蟻15頭 を放虫し、放虫した円筒容器を湿った脱脂綿

効果の判定は放虫21日後に下記の式に従っ て効力値を算出し判定した。1区2連制。

を敷いたプラスチック製ケースに入れ、25℃

効力値 =
$$\frac{A - B}{A} \times 100$$

A:無処理木片の重量減少率

B: 処理木片の重量減少率

結果を第6表に示す。

の恒温室に保管した。

化合 物 No.	耐候操作無			耐候操作有 遺 度 (%)		
	0.5	0.3	0.1	0.5	0.3	0.1
1	9 3	-	9 0	9 0	_	8 3
2	9 6	92	9 2	9 4	9 0	8 8
4	96	9 7	9 1	9 5	9 4	8 5
9	-	9 2	7 5	-	9 1	6 5
19	_	96	8 6	-	80	6 8
20	9 7	9 7	-	9 4	9 5	-
2 1	-	9 3	8 9	-	9 2	5 9
25	-	98	9 1	-	9 4	6 2
30	9 5	93	-	9 5	8 0	_
3 2	93	9 1	9 0	8 4	8 2	5 6
3 3	-	9 1	7 2	-	9 1	6 3
3 4	-	9 2	6 6	-	8 4	6 1
3 5	96	9 0	79	96	8 7	7 4

手統補正 醬

昭和63年12月[5]



特許庁長官

1. 事件の表示

昭和63年特許願第270224号

2. 発明の名称

白蟻防除剤及びその使用方法

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

名称 日本農薬株式会社

4.代理人(〒101)

住所 東京都千代田区神田駿河台1の6

お茶の水スクエアB館

氏名 (6271) 萼 (径 美



(ほか2名)

(自発)

5. 補正の対象

5. 補正命令の日付

明細書の発明の詳細な説明の欄

7. 補正の内容

(1) 明細 4 第 1 3 頁 第 1 行 の 「 ル - 1 H - ピ ラ ゾールを」とあるを「ルー」H - ピラゾールー 3-カルポン酸を」と補正する。



1100 13TH STREET, N.W. 12TH FLOOR WASHINGTON, D.C. 20005-4051

TEL: 202.824.3000 FAX: 202.824.3001

www.bannerwitcoff.com

July 11, 2007

VIA FACSIMILE 82-2-588-8586 or 8547

Ms. Jungsun Kim. Y.P. Lee, Mock & Partners Koryo Building 1575-1 Seocho-dong, Seocho-gu Seoul REPUBLIC OF KOREA 137-875

Re:

Korean Patent Application No. 2005-7009500 International Application No. PCT/1B03/05425

in the name of Nokia Corporation Your Ref: PM05-21591PCT Our Ref: 004770.00378

Dear Ms. Kim:

In reply to you reminder of June 13, 2007, please proceed to pay the fees as outlined in your letter for the above-identified application which has now been allowed.

Please confirm receipt of these instructions by return facsimile.

Respectfully yours

Sharon de Mesones International Specialist.

CHICAGO WASHINGTON, D.C. BOSTON